



BEST AVAILABLE COPY

1773

2#

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

Group Art Unit : 1773
Applicants : Toshinori ONO, et al.
Serial No. : 09/784,952
Filed : February 16, 2001
For : MAGNETIC RECORDING MEDIUM, THE MANUFACTURING
METHOD AND MAGNETIC RECORDING APPARATUS
USING THE SAME

Assistant Commissioner for
Patents
Washington, D.C. 20231

CLAIM TO CONVENTION PRIORITY UNDER 35 U.S.C. 119

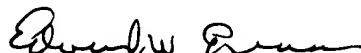
S I R :

A claim to the Convention Priority Date of Japanese Patent Application No. 2000-300559, filed in Japan on September 28, 2000, was made at the time this United States application was filed. In order to complete the claim to Convention Priority Date under 35 U.S.C. 119, a certified copy of this Japanese Application is enclosed herewith.

Respectfully submitted,

KENYON & KENYON

By


Edward W. Greason
Reg. No. 18,918

One Broadway
New York, N.Y. 10004
(212) 425-7200

Dated: May 1, 2001



PATENT OFFICE JAPANESE GOVERNMENT

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this office.

Date of Application : September 28, 2000
Application Number : Patent Application No. 300559 of 2000
Applicant (s) : Hitachi, Ltd.

RECEIVED
MAY 14 2001
TC 1700 MAIL ROOM

Dated this 6th day of April, 2001

Kouzou OIKAWA
Commissioner,
Patent Office

Certificate No. 2001-3027662



日 本 国 特 許 庁

PATENT OFFICE
JAPANESE GOVERNMENT

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日

Date of Application:

2000年 9月28日

出 願 番 号

Application Number:

特願2000-300559

出 願 人

Applicant (s):

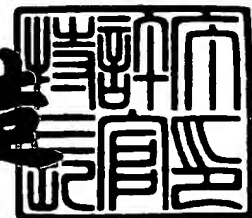
株式会社日立製作所

RECEIVED
MAY 14 2001
TC 1700 MAIL ROOM

2001年 4月 6日

特 許 庁 長 官
Commissioner,
Patent Office

及 川 耕 造



出証番号 出証特2001-3027662

| | |
|----------|--|
| 【書類名】 | 特許願 |
| 【整理番号】 | K00010091 |
| 【提出日】 | 平成12年 9月28日 |
| 【あて先】 | 特許庁長官殿 |
| 【国際特許分類】 | G11B 5/84 |
| 【請求項の数】 | 8 |
| 【発明者】 | |
| 【住所又は居所】 | 神奈川県小田原市国府津 2 8 8 0 番地 株式会社日立製作所 ストレージシステム事業部内 |
| 【氏名】 | 大野 俊典 |
| 【発明者】 | |
| 【住所又は居所】 | 神奈川県小田原市国府津 2 8 8 0 番地 株式会社日立製作所 ストレージシステム事業部内 |
| 【氏名】 | 小角 雄一 |
| 【発明者】 | |
| 【住所又は居所】 | 神奈川県小田原市国府津 2 8 8 0 番地 株式会社日立製作所 ストレージシステム事業部内 |
| 【氏名】 | 本田 好範 |
| 【発明者】 | |
| 【住所又は居所】 | 神奈川県小田原市国府津 2 8 8 0 番地 株式会社日立製作所 ストレージシステム事業部内 |
| 【氏名】 | 藤巻 成彦 |
| 【発明者】 | |
| 【住所又は居所】 | 神奈川県小田原市国府津 2 8 8 0 番地 株式会社日立製作所 ストレージシステム事業部内 |
| 【氏名】 | 八杖 徹 |
| 【特許出願人】 | |
| 【識別番号】 | 000005108 |
| 【氏名又は名称】 | 株式会社日立製作所 |

【代理人】

【識別番号】 100075096

【弁理士】

【氏名又は名称】 作田 康夫

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 013088

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 磁気記録媒体及びその製造方法、それを用いた磁気記憶装置

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

非磁性基板上に少なくとも下地層を介して磁性膜を有する磁気記録媒体の、該磁性膜を保護する炭素を主成分とするダイヤモンドライクカーボン保護膜中の炭素原子100個あたりの官能基の割合が20%を越えていることを特徴とする磁気記録媒体。

【請求項 2】

上記保護膜上に少なくとも一つの官能基を有するパーフルオロポリエーテルの潤滑膜を設けたことを特徴とする請求項 1 記載の磁気記録媒体。

【請求項 3】

非磁性基板上に少なくとも下地層を介して磁性膜を有する磁気記録媒体の製造方法において、該磁性膜を保護する炭素を主成分とする保護膜をイオンビーム法もしくはケミカルベーパーデポジション法で成膜する際に、 CO_2 , NO_2 , N_2O の内少なくとも一つのガスを添加することを特徴とする磁気記録媒体の製造方法。

【請求項 4】

上記保護膜がダイヤモンドライクカーボンであることを特徴とする請求項 3 記載の磁気記録媒体の製造方法。

【請求項 5】

上記イオンビーム法もしくはケミカルベーパーデポジション法で保護膜を成膜する際に、 N_2 , Ne , Ar , Kr , Xe の内少なくとも一つと炭化水素ガス、または炭化水素ガスを用いることを特徴とする請求項 3 記載の磁気記録媒体の製造方法。

【請求項 6】

非磁性基板上に少なくとも下地層を介して磁性膜を有する磁気記録媒体の製造方法において、該磁性膜を保護する炭素を主成分とするダイヤモンドライクカーボン保護膜をイオンビーム法もしくはケミカルベーパーデポジション法で成膜する際に、 CO_2 , NO_2 , N_2O の内少なくとも一つのガスを添加することを特徴とする磁気記録媒体の製造方法。

【請求項 7】

非磁性基板上に少なくとも磁性膜と該磁性膜を保護する炭素を主成分とする保護膜及び少なくとも一つの官能基を有するパーフルオロポリエーテルの潤滑膜とを設けた磁気記録媒体の製造方法において、前記保護膜を N_2 , Ne, Ar, Kr, Xe の内少なくとも一つと炭化水素ガス、または炭化水素ガスを用いたイオンビーム法もしくはケミカルバーバーデポジション法で成膜する際に CO_2 , NO_2 , N_2O の内少なくとも一つのガスを添加することを特徴とする磁気記録媒体の製造方法。

【請求項 8】

請求項 2 に記載の磁気記録媒体と、該磁気記録媒体を駆動する駆動部と、記録部と再生部とを有する磁気ヘッドと、該磁気ヘッドとの間で信号授受を行なう記録再生信号処理部と、前記磁気ヘッドの再生部としての磁気抵抗効果型磁気ヘッドとを備えたことを特徴とする磁気記憶装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、優れた信頼性を有し、高密度に磁気記録が可能な磁気記録媒体、及びその製造方法、コンピュータの補助記憶装置に用いられる磁気ディスク装置に関する。

【0002】

【従来の技術】

大型コンピュータ、ワークステーション、パーソナルコンピュータ等の記憶装置に用いられる磁気ディスク装置は年々その重要性が高まり、大容量小型化へと発展を遂げている。磁気ディスク装置の大容量小型化には高密度化が不可欠であり、これを実現するための技術としては磁気記録媒体の磁気記録層と磁気ヘッドの距離を小さくすることが挙げられる。

【0003】

従来より、スパッタリングを用いて作製される磁気記録媒体は磁性膜を磁気ヘッドによる摺動から保護する目的で保護膜が設けられている。そして、この保護膜を薄膜化することと、保護膜表面と磁気ヘッドの距離を小さくすることが磁気

記録層と磁気ヘッドの距離をより小さくする為の最も有効な手段である。この保護膜には、DCスパッタリング、RFスパッタリング（特開平5-174369号公報）、CVD（特開平4-90125号公報）で作製されるカーボンが最も一般的に用いられており、より強度に優れた保護膜を得るために膜中に窒素原子や水素原子等を混入させる方法（特開昭62-246129号公報）が一般的に採用されてきた。また、磁気ヘッドと磁気記録媒体の摩擦を低減する目的で保護膜の上にはパーフルオロポリエーテル液体潤滑剤を用いるのが一般的である。

【0004】

薄膜化の一般的方法として保護膜をイオンビームデポジション（IBD）やケミカルバーパーデポジション（CVD）を用いたダイヤモンドライクカーボン（DLC）にする事が挙げられる。ところがDLCは一般的に薄膜中の炭素原子と水素原子の結合力が強くまたそのネットワークはスパッタリングにより供されるカーボン保護膜と比較して連続性が高い。そのため膜中や膜表面の官能基が少く保護膜上に付与するパーフルオロポリエーテル潤滑剤との結合力が弱いという問題がある。

【0005】

上記磁気記録媒体を用いた磁気記録装置の性能指標の一つとしてデータの転送速度が上げられる。この転送速度はデータのアクセス時間に大きく依存している。アクセス時間はシーク時間と回転待ち時間からなり、磁気記録媒体の回転速度を上げることで回転待ち時間を短くすることがデータ転送速度の向上につながる。

【0006】

ところが磁気記録媒体の回転速度を上げると磁気記録媒体のDLC保護膜上にある液体潤滑剤に遠心力が働き、上記のごとく結合力が弱いという問題点の結果液体潤滑剤は磁気記録媒体の外周部に追いやられついには磁気記録媒体から振り切られてしまう（以下回転飛散と呼ぶ）。この結果磁気記録媒体上の潤滑剤が減少してしまい磁気記録媒体と磁気ヘッドの摩擦力の増加、クラッシュという結果に至ってしまう問題があった。

【 0 0 0 7 】

これを防止するために保護膜に表面処理を施し結合力を増加する試みがなされている。特開昭62-150526、特開昭63-2117では表面にプラズマ処理を施している。特開平4-6624では表面に紫外線処理、水処理、オゾン処理などを施している。また、特開昭63-2117、特開平9-30596、特開平8-225791、特開平7-210850、特開平5-174354等も上記と同様の類であり、これらはすべて保護膜形成後に、その表面に何らかの処理を施すものである。ところが、これらの方法は表面全面を均一に処理することが難しく、作業が一工程増えるばかりか潤滑剤の付着力も不十分であるという問題があった。

【 0 0 0 8 】

【発明が解決しようとする課題】

本発明は上記問題点に着眼してなされたものである。

【 0 0 0 9 】

本発明の第1の目的は、保護膜層と液体潤滑剤の化学的結合力を増し高速回転下でも回転飛散による液体潤滑剤の減少を起こさない磁気記録媒体を提供することである。

【 0 0 1 0 】

本発明の第2の目的は、第1の目的を達成できる磁気記録媒体の製造方法を提供することにある。

【 0 0 1 1 】

第3の目的は、前記第2の目的を達成した磁気記録媒体を用いて高速回転と高い信頼性を両立するのに適した磁気記憶装置を提供することにある。

【 0 0 1 2 】

【課題を解決するための手段】

前記課題を解決するために、本発明は、主として次のような構成を採用する。

【 0 0 1 3 】

本発明の磁気記録媒体は、非磁性基板上に少なくとも下地層を介して磁性膜を有する磁気記録媒体の、該磁性膜を保護する炭素を主成分とするダイヤモンドライクカーボン保護膜中の炭素原子100個あたりの官能基の割合が20%を越えてい

ることを特徴とする。

【 0 0 1 4 】

上記保護膜上に少なくとも一つの官能基を有するパーフルオロポリエーテルの潤滑膜を設けた場合に、上記保護膜と潤滑膜との結合性が優れている。

【 0 0 1 5 】

本発明の磁気記録媒体の製造方法は、非磁性基板上に少なくとも下地層を介して磁性膜を有する磁気記録媒体の製造方法において、該磁性膜を保護する炭素を主成分とする保護膜をイオンビーム法もしくはケミカルベーパーデポジション法で成膜する際に、 CO_2 , NO_2 , N_2O の内少なくとも一つのガスを添加することを特徴とする。

【 0 0 1 6 】

上記保護膜がダイヤモンドライクカーボンである場合、上記保護膜と潤滑膜との結合性が特に向上する。

【 0 0 1 7 】

上記イオンビーム法もしくはケミカルベーパーデポジション法で保護膜を成膜する際には、 N_2 , Ne , Ar , Kr , Xe の内少なくとも一つと炭化水素ガス、または炭化水素ガスを用いることが好ましい。

【 0 0 1 8 】

非磁性基板上に少なくとも下地層を介して磁性膜を有する磁気記録媒体の製造方法において、該磁性膜を保護する炭素を主成分とするダイヤモンドライクカーボン保護膜をイオンビーム法もしくはケミカルベーパーデポジション法で成膜する際に、 CO_2 , NO_2 , N_2O の内少なくとも一つのガスを添加するようにしても良い。

【 0 0 1 9 】

本発明の磁気記憶装置は、上記の磁気記録媒体と、該磁気記録媒体を駆動する駆動部と、記録部と再生部とを有する磁気ヘッドと、該磁気ヘッドとの間で信号授受を行なう記録再生信号処理部と、前記磁気ヘッドの再生部としての磁気抵抗効果型磁気ヘッドとを備えたことを特徴とする。

【 0 0 2 0 】

【発明の実施の形態】

まず、本発明の構成と機能並びに作用についての概略を以下に説明する。基体上に磁性膜とこれを保護する炭素（カーボン）を主成分とする保護膜、及び少なくとも一つの官能基を有するパーフルオロポリエーテルの潤滑膜とを設けた磁気記録媒体の製造方法において、前記保護膜を N_2 , Ne, Ar, Kr, Xe の内少なくとも一つと炭化水素ガス、または炭化水素ガスのみを用いたイオンビーム法もしくはCVD法で成膜する際に CO_2 , NO_2 , N_2O の内少なくとも一つのガスを添加することで前期保護膜と潤滑膜の結合性を上昇させる。

【 0 0 2 1 】

上記手法により供される磁気記録媒体は、保護膜中の炭素原子100個あたりの官能基の割合が20%を越える様にする事ができる。

【 0 0 2 2 】

また、本発明の磁気記憶装置は、磁気記録媒体と、前記磁気記録媒体を駆動する駆動部と、記録部と再生部からなる磁気ヘッドと、前記磁気ヘッドを上記磁気記録媒体に対して相対運動させる手段と、前記磁気ヘッドへの信号入力手段と前記磁気ヘッドからの出力信号再生を行なうための記録再生信号処理手段とを有する磁気記憶装置において、磁気ヘッドの再生部が磁気抵抗効果型磁気ヘッドで構成され、かつ磁気記録媒体が上述したような特徴を有する、保護膜の膜質、硬度、膜厚を備えた磁気記録媒体によって構成することにより実現される。

【 0 0 2 3 】

更に、前記磁気抵抗効果型磁気ヘッドの磁気抵抗センサ部が、互いに $0.2\mu m$ 以下の距離だけ隔てられた軟磁性体からなる2枚のシールド層の間に形成されており、かつ上述した構成をとる磁気記録媒体の磁性層の厚さ t と記録時における前記磁気記録媒体に対する前記磁気ヘッドの相対的な走行方向に磁界を印加して測定した残留磁束密度 B_r との積 $B_r \times t$ が $3.2mA$ （40ガウス・ミクロン）以上 $9.6mA$ （120ガウス・ミクロン）以下であるようにして構成される。

【 0 0 2 4 】

前記磁気抵抗効果型磁気ヘッドの磁気抵抗センサ部が、互いに $0.2 \mu\text{m}$ 以下の距離だけ隔てられた軟磁性体からなる 2 枚のシールド層の間に形成されなければならないのは、最高線記録密度が 220 k FCI を超える磁気記憶装置において十分な再生出力が得られないことによる。軟磁性体からなる 2 枚のシールド層の距離は工作上的の容易さから $0.12 \mu\text{m}$ 以上とすることが好ましい。

【 0 0 2 5 】

上述した構成をとる磁気記録媒体の磁性層の厚さ t と記録時における前記磁気記録媒体に対する前記磁気ヘッドの相対的な走行方向に磁界を印加して測定した残留磁束密度 B_r との積 $B_r \times t$ が 3.2 mA ($40 \text{ ガウス} \cdot \text{ミクロン}$) 以上 9.6 mA ($120 \text{ ガウス} \cdot \text{ミクロン}$) 以下であるのは、 $B_r \times t$ が 3.2 mA ($40 \text{ ガウス} \cdot \text{ミクロン}$) では記録後の長時間放置による再生出力の低下により、誤った情報が再生される危険性が高くなり、また 9.6 mA ($120 \text{ ガウス} \cdot \text{ミクロン}$) を超えると、記録時の重ね書きが難しくなるためである。

【 0 0 2 6 】

更に、前記磁気記録媒体の下地層を少なくとも 2 層形成することにより、磁性層の結晶配向性を制御することも可能である。この多層下地層を形成することにより下地層から磁性層への原子拡散の影響を大幅に低減でき、同時に磁性層に近接する下地層の結晶性を向上でき、磁性層と下地層の密着性も強くなり、高い耐摺動性能が得られる。さらに、磁性層に近接する下地層の表面が長距離に亘る原子の周期的な配列を持たないので、その上に形成される磁性層の結晶粒を微細化でき、かつ、結晶配向性も制御可能となる。これにより磁性層を構成する結晶の平均粒径を低ノイズ化に適した 15 nm 以下の微細なサイズに制御し、同時に、その磁化容易軸の方向を面内磁気記録に適した膜面に平行な方向に制御することができる。

【 0 0 2 7 】

また、本発明の磁気記憶装置に用いる磁気抵抗効果型磁気ヘッドが、互いの磁化方向が外部磁界によって相対的に変化することによって大きな抵抗変化を生じる複数の導電性磁性層と、前記導電性磁性層の間に配置された導電性非磁性層を

含む磁気抵抗センサによって構成される。このような再生ヘッドを用いるのは 300 k F C I を超える最高線記録密度で記録した信号を安定して再生し信号出力を得るために用いられる。

【 0 0 2 8 】

更に、磁気抵抗効果型磁気ヘッドが、浮上面レールの面積が 1.00 mm²以下であり、質量が 2 mg 以下の磁気ヘッドスライダー上に形成されていることにより本発明は達成される。浮上面レールの面積が 1.00 mm²以下であるのは、前述した突起と衝突する確率を低減し、同時に質量が 2 mg 以下とすることにより、耐衝撃信頼性を向上できるためである。これにより、1 平方インチ当たり 50 ギガビット以上の記録密度と高い衝撃性を両立させることができる。

【 0 0 2 9 】

次に、本発明の実施形態について詳細に説明する。図 1 に本発明の実施形態の一例を示す。

【 0 0 3 0 】

< 実施形態 1 >

まず、用いるソーダライムガラス基体 1 の（外径 84 mm、内径 25 mm、厚さ 1.1 mm）洗浄を十分行なった。これを約 5.3×10^{-5} Pa (4.0×10^{-7} Torr) まで排気された真空層内に導入した。最初に、第 1 シード層形成室に搬送し Ar 雰囲気約 0.8 Pa (6 mTorr) の条件下で DC マグネトロンスパッタリング法により Ni-25 at. % Cr-15 at. % Zr 第 1 シード層 2 を 20 nm 形成した。続いて、第 2 シード層形成室に搬送し Ar 雰囲気約 0.8 Pa (6 mTorr) の条件下で DC マグネトロンスパッタリング法により Co-40 at. % Cr-5 at. % Zr 第 2 シード層 3 を 50 nm 形成した。次に真空層内の加熱室に搬送し、IR ヒータ（赤外線ヒータ）により基板温度を 260°C に加熱した。

【 0 0 3 1 】

続いて、下地層形成室に搬送し、Ar 雰囲気約 0.8 Pa (6 mTorr) の条件下で DC マグネトロンスパッタリング法により Cr-10 at. % Mo-7.5 at. % Ti 合金下地層 4 を 30 nm 成膜した。続いて磁気記録層形成室に搬送し、Ar 雰囲気約 0.9 Pa (7 mTorr) の条件下で DC マグネトロ

スパッタリング法により、 $\text{Co}-20 \text{ at. } \% \text{Cr}-4 \text{ at. } \% \text{Ta}-8 \text{ at. } \% \text{Pt}$ 合金層5（磁性層を形成する）を22nm形成した。この、 $\text{Cr}-10 \text{ at. } \% \text{Mo}-7.5 \text{ at. } \% \text{Ti}$ 合金下地層2、 $\text{Co}-20 \text{ at. } \% \text{Cr}-4 \text{ at. } \% \text{Ta}-8 \text{ at. } \% \text{Pt}$ 合金層5まで形成した基板を用い、以下に述べる本発明に関わるカーボンを主成分とする保護膜層を形成した。

【0032】

前記基板1としては、ソーダライムガラスの他に、化学強化したアルミノシリケート、 $\text{Ni}-\text{P}$ を無電解めっきした $\text{Al}-\text{Mg}$ 合金基板、シリコン、硼珪酸ガラス等からなるセラミックス、または、ガラスグレージングを施したセラミックス等からなる非磁性の剛体基板等を用いることができる。

【0033】

第1及び第2シード層はソーダライムガラスからのアルカリ金属の電気化学的析出を防ぐために設けてあるもので、厚さは任意でありどちらか片方でもかまわない。また、特に用いる必要がなければ省略することもできる。下地層4はその上に形成する磁性層の結晶配向性を制御する下地膜として用いられる。下地層としては、磁性膜と結晶整合性の良い（100）配向させることも可能な不規則固溶体を形成する非磁性の $\text{Cr}-\text{V}$ 、 $\text{Cr}-\text{Ti}$ 、 $\text{Cr}-\text{Mo}$ 、 $\text{Cr}-\text{Si}$ 、 $\text{Cr}-\text{Mo}-\text{Ti}$ 合金等の Cr 基合金の薄膜を用いることもできる。スパッタで用いる放電用のガスに0.5体積%から50体積%の窒素を同時に添加して下地層を形成すると下地層の結晶粒が微細化した。その結果、連続して形成する磁性層の結晶粒も微細化し、媒体ノイズを低減できた。

【0034】

磁性層5としては、 $\text{Co}-\text{Cr}-\text{Pt}-\text{Ta}$ 合金だけでなく、 Co を主成分とし、保磁力を高めるために Pt を含有し、さらに媒体ノイズを低減するため Cr 、 Ta 、 SiO_2 、 Nb 等を添加した多元の合金系を用いることができる。特に Ta 、 Nb 、 V 、 Ti を添加するとターゲットの融点が下がり、 Cr を含有した磁性膜の組成分離が進行しやすくなり好ましかった。

【0035】

Pt 、 Ni あるいは Mn を添加した Co 基合金系では磁気異方性エネルギーの

低下が他の添加元素に比べて少なく実用的である。具体的には、Co-Cr-Ptの他に、Co-Cr-Pt-Ta, Co-Cr-Pt-SiO₂, Co-Cr-Pt-Mn, Co-Cr-Nb-Pt, Co-Cr-V-Pt, Co-Cr-Ti-Pt, Co-Cr-Nb-Ta-Pt, Co-Pt-Ni-SiO₂等の合金を用いることができる。

【0036】

強磁性の部分を占めるCo合金層の組成に関し、Crの固溶限は5～10at. %、Taの固溶限は約2at. %であると考えられ、これらの固溶限を超えてCo合金磁性層を形成することにより、磁性層における磁気的な分離が進行し、媒体ノイズが低減する。実用的な組成として、例えば、

Co-20at. %Cr-4at. %Ta-8at. %Pt合金、
Co-22at. %Cr-20at. %Pt合金、
Co-15at. %Cr-8at. %Pt-20mol. %SiO₂合金、
Co-17at. %Cr-12at. %Pt-5at. %Mn合金、
Co-17at. %Cr-5at. %Nb-10at. %Pt合金、
Co-20at. %Cr-5at. %V-12at. %Pt合金、
Co-20at. %Cr-10at. %-15at. %Pt合金、
Co-15at. %Cr-5at. %Nb-5at. %Ta-20at. %Pt合金、等を用いることができる。

【0037】

上記基板を真空層内から出すことなく図2に示す保護膜層形成室21に搬送した。この保護膜層形成室21は熱フィラメント22とアノード23及び熱フィラメント前方に配置したグリッド24からなるイオンガンからなる。この保護膜層形成室21をターボモレキュラポンプで排気しながら、アノード後方からArガスを15sccm(Standard Cubic centimeter per minutes)とエチレン(C₂H₄)ガスを50sccm, さらに二酸化炭素(CO₂)ガスを20sccm, 二酸化窒素(NO₂)ガスを10sccm, 笑気ガス(N₂O)10sccm をマスフローコントローラを介し導入した。このときの圧力はバラトロンゲージで約0.5Pa(4mTorr)であった。

【 0 0 3 8 】

次いで、基板の両サイドに位置したイオンガンの熱フィラメントに30A、アノードに直流+100Vを印加しプラズマを誘引した。そして、グリッドに-530Vを印加してイオンを引き出した。さらに、基板には-100V、3kHzのパルスバイアスを付与した。このときのアノード電流は500mA、基板のバイアス電流は50mAであった。このイオンビームデポジション法(IBD)により、Co-Cr-Ta-Pt 合金層5の上に炭素と水素を主成分とするDLC保護膜層6を3nm形成した。このときの膜の堆積速度は、1.0nm/sであった。

【 0 0 3 9 】

上述した手法によりディスクを複数枚作製し、あるものは薄膜の分析を行い、あるものはフルオロカーボン系の潤滑剤層7を設けた。この厚みはフーリエトランスファ赤外分光分析装置(FT-IR)で定量したところ2.2nmであった。その後浮上チェックを行ない単板での摺動試験、もしくは磁気ディスク装置に組み込み信頼性試験を行った。

【 0 0 4 0 】

上記手法により作製したディスクの保護膜を以下の手法より分析し保護膜表面の官能基の割合を定量した。すなわち、保護膜表面の官能基の被覆率同定にはESCA (Electron Spectroscopy for Chemical Analysis)を用いた。ESCAによる表面官能基である-COOH, -C=O, -COH, -CNH₂の直接同定は感度および測定精度の観点から定量的な同定が困難である。上記問題点は以下に記すtag修飾法により克服した。

【 0 0 4 1 】

すなわち、保護膜表面官能基と定量的かつ不可逆的に分子認識により反応を行う官能基を有する、ESCAに感度係数の高い、フッ素原子を含む分子で修飾(tag修飾)することによる被覆率同定を行った。

【 0 0 4 2 】

具体的には、

・ -COOH官能基の同定には保護膜表面をペンタフルオロフェニルブロマイドをベンゼン溶液中で1時間浸し、-COOH官能基をフッ素分子により修飾した。

【 0 0 4 3 】

・ -C=O官能基の同定には保護膜表面をペンタフルオロフェニルヒドラジンをエタノール溶液中で1時間浸し、-C=O官能基をフッ素分子により修飾した。

【 0 0 4 4 】

・ -COH官能基の同定には保護膜表面をパーフルオロオクチルジメチルクロロシランをエタノール溶液中で1時間浸し、-COH官能基をフッ素分子により修飾した。

【 0 0 4 5 】

・ -CNH₂官能基の同定には保護膜表面をペンタフルオロベンゾイルクロライドをクロロホルム溶液中で1時間浸し、-CNH₂官能基をフッ素分子により修飾した。

【 0 0 4 6 】

室温にてそれぞれ1時間の反応によりtag修飾された各保護膜表面はそれぞれの溶媒に浸漬され未反応物が保護膜表面から除去された。

【 0 0 4 7 】

保護膜表面の官能基被覆率同定には各tag修飾された保護膜表面をESCAによる24°の分析角度で、C1sとF1s測定強度比により求めたその結果、カーボン原子100個当たりの-COOH, -C=O, -COH, -CNH₂の官能基の比率は合計で平均約30%であった。

【 0 0 4 8 】

一方、潤滑剤まで設けたディスクをヘッドのロード/アンロード機構を備えた評価装置に装着し試験を行なった。10枚のディスクを回転数15000 r. p. mでロードアンロード試験 50000回行ったところ、10枚ともクラッシュすることなく試験を終了した。さらに試験後のディスクの潤滑層厚みをFT-IRで測定したところ2.1nm とほとんど減少していないことが確認できた。この結果、本発明による磁気記録媒体は潤滑剤との結合力が強く回転飛散による潤滑剤減少量が少なく、保護膜の厚さが3 nmと極めて薄い場合においても耐摺動信頼性が十分であることが証明された。以上の評価結果はサンプルNo. 1として、図3に記載する。

【 0 0 4 9 】

<比較例>

保護膜層6を形成する際に二酸化炭素(CO₂)ガス、二酸化窒素(NO₂)ガスを10scc m, 笑気ガスを加えなかったことを除いては実施形態1と略同一の製法でサンプルNo. 2を作製した。保護膜層6の厚みは実施形態1と同様の3nm、潤滑層7の厚みも同様に2.2nmであった。このようにして作成したディスクを実施形態1と同様の手法で評価を行なった。

【0050】

その結果、tag修飾法による分析では表面官能基の割合が13%であった。また、10枚のディスクを回転数15000 r. p. mでロードアンロード試験を行ったところ、全てのディスクが1000回から8000回の間でクラッシュに至った。さらにその10枚のディスクの潤滑層厚みを(FT-IR)にて測定したところ0.7から1.2nmと試験前と比較して減少していることが確認できた。

【0051】

この結果、比較例の作成方法によって得られる磁気記録媒体は保護膜層と潤滑層の結合力が十分ではないために高速回転により潤滑層が飛散減少し磁気記録媒体と磁気ヘッドの摩擦力が増加することでクラッシュに至ることが判明した。

【0052】

<実施形態2>

前記実施形態1に記載した円板について、5万回のロード/アンロードを実施した結果、磁性膜の厚さを15nm、17nm、21nmとしたいずれの磁気記録媒体においても、磁気記録媒体および磁気ヘッドが破壊されることはなく、良好な耐摺動信頼性が得られた。

【0053】

磁性層の厚さを薄くすることにより、磁性層の厚さ t と残留磁束密度 B_r との積 $B_r \times t$ が大きく減少した。面内保磁力 H_c はおおむね176kA/mから256kA/m、保磁力角型比 S^* は0.74から0.65で0.7前後、角型比 S は0.78から0.7であった(角型比 S は飽和磁束密度に対する残留磁束密度の割合)。これらの磁気特性は試料振動型磁力計により25°Cで測定した。

【0054】

これらの磁気記録媒体の電磁変換特性を磁気抵抗効果型再生素子(MR素子)

のシールドギャップ長 G_s が $0.12\mu\text{m}$ 、書き込み素子のギャップ長が $0.2\mu\text{m}$ の磁気ヘッドを用いて測定した。MR素子のセンス電流は 3mA 、書き込み電流 I は 41mA とした。磁気記録媒体（磁気ディスク媒体）の回転数を変化させ、ヘッドの浮上量を変えて、デジタルオシロスコープ（Tektronix TDS544A）により孤立再生波の出力半値幅PW50を測定した。

【0055】

磁性膜が薄いほど、また、磁気ヘッドの浮上量が低いほどPW50は小さくなっており、磁性膜の厚さが 15nm でヘッドの浮上量が 25nm の場合に、 240nm という小さな値が得られた。スペクトルアナライザで測定した最高線記録密度 360kFCI における出力は、デジタルオシロスコープで測定した 10kFCI における孤立再生波の出力に対して $1\sim 2\%$ であった。スペクトルアナライザで測定した最高線記録密度 360kFCI における出力は、奇数次の波形の出力を 100MHz を超えるまで積算して求めた。

【0056】

さらに、孤立再生波の $0-p$ 出力（SLF）と 360kFCI の信号を記録した場合の積算媒体ノイズ（Nd）の比 SLF/Nd を評価した。ここで、ヘッドの浮上量は 25nm とし、Ndは 0.5kFCI から 540kFCI に相当する帯域のノイズを積算した値とした。何れの媒体も、 360kFCI という高い記録密度において 24dB 以上の高い SLF/Nd 比が得られた。

【0057】

これらの磁気ディスク媒体61と、前記磁気記録媒体を駆動する駆動部62と、記録部と再生部からなる磁気ヘッド63と、前記磁気ヘッドを上記磁気記録媒体に対して相対運動させる手段64と、前記磁気ヘッドへの信号入力手段と前記磁気ヘッドからの出力信号再生を行なうための記録再生信号処理手段65と前期磁気ヘッドの read/write 時の退避場所となる66を有する磁気記憶装置を図4に示すように構成した。

【0058】

前記磁気ヘッドの再生部が磁気抵抗効果型磁気ヘッドで構成されるようにした。測定に用いた磁気ヘッドの模式的斜視図を図5に示す。このヘッドは基体60

1 上に形成された記録用の電磁誘導型ヘッドと再生用の磁気抵抗効果型ヘッドを併せ持つ複合型ヘッドである。前記記録ヘッドはコイル 6 0 2 を挟む上部記録磁極 6 0 3 と下部記録磁極兼上部シールド層 6 0 4 からなり、記録磁極間のギャップ長は $0.3 \mu\text{m}$ とした。また、コイルには厚さ $3 \mu\text{m}$ の銅を用いた。前記再生用ヘッドは磁気抵抗センサ 6 0 5 とその両端の電極パターン 6 0 6 からなり、磁気抵抗センサは共に $1 \mu\text{m}$ 厚の下部記録磁極兼上部シールド層 6 0 4 と下部シールド層 6 0 7 で挟まれ、前記シールド層間距離は $0.20 \mu\text{m}$ である。尚、図 6 では記録磁極間のギャップ層、及びシールド層と磁気抵抗センサとのギャップ層は省略してある。

【 0 0 5 9 】

図 6 に磁気抵抗センサの断面構造を示す。磁気センサの信号検出領域 7 0 1 は、酸化アルミニウムのギャップ層 7 0 0 上に横バイアス層 7 0 2、分離層 7 0 3、磁気抵抗強磁性層 7 0 4 が順次形成された部分からなる。磁気抵抗強磁性層 7 0 4 には、 20 nm の Ni-Fe 合金を用いた。横バイアス層 7 0 2 には 25 nm の Ni-Fe-Nb 合金を用いたが、 Ni-Fe-Rh 等の比較的電気抵抗が高く、軟磁気特性の良好な強磁性合金であれば良い。

【 0 0 6 0 】

横バイアス層 7 0 2 は磁気抵抗強磁性層 7 0 4 を流れるセンス電流が作る磁界によって、前記電流と垂直な膜面内方向（横方向）に磁化され、磁気抵抗強磁性層 7 0 4 に横方向のバイアス磁界を印加する。これによって、媒体 6 1 からの漏洩磁界に対して線形な再生出力を示す磁気センサが選られる。磁気抵抗強磁性層 7 0 4 からのセンス電流の分流を防ぐ分離層 7 0 3 には、比較的電気抵抗が高い Ta を用い、膜厚は 5 nm とした。

【 0 0 6 1 】

信号検出領域の両端にはテーパ形状に加工されたテーパ部 7 0 5 がある。

【 0 0 6 2 】

テーパ部 7 0 5 は、磁気抵抗強磁性層 7 0 4 を単磁区化するための永久磁石層 7 0 6 と、その上に形成された信号を取り出すための一対の電極 6 0 6 からなる。永久磁石層 7 0 6 は保磁力が大きく、磁化方向が容易に変化しないことが必要

であり、Co-Cr, Co-Cr-Pt等の合金が用いられる。

【0063】

実施形態1に記載した磁気記録媒体と、図5に示した上記ヘッドと組み合わせて、図4に示す磁気記憶装置を構成した。その結果、磁気的な浮上高さ h_m が48～60nm程度の浮上系では、磁性層の厚さ t と記録時における前記磁気記録媒体に対する前記磁気ヘッドの相対的な走行方向に磁界を印加して測定した残留磁束密度 B_r との積 $B_r \times t$ が9.6mA（120ガウス・ミクロン）を超えると十分な書き込みができずオーバーライト（重ね書き）特性が劣化し、特に高線記録密度領域での出力も低下した。

【0064】

一方、 $B_r \times t$ が3.2mA（40ガウス・ミクロン）よりも小さくなると、媒体の記録層の組成或いは厚さによっては、4日間70°Cに放置して再生出力の減少が認められる場合があった。よって実施形態1に記載した磁気記録媒体で述べた磁性層の厚さ t と記録時における前記磁気記録媒体に対する前記磁気ヘッドの相対的な走行方向に磁界を印加して測定した残留磁束密度 B_r との積 $B_r \times t$ が3.2mA（40ガウス・ミクロン）以上9.6mA（120ガウス・ミクロン）以下であるようにして磁気記憶装置を構成した。

【0065】

前記磁気抵抗効果型磁気ヘッドの磁気抵抗センサ部が、互いに0.2 μ mを超えた距離だけ隔てられた軟磁性体からなる2枚のシールド層の間に形成されたヘッドを用いた場合には、最高線記録密度が250kFCIを超えると十分な再生出力が得られなかった。軟磁性体からなる2枚のシールド層の距離は0.12 μ mを下回ると、プロセス加工上の困難さから容易に素子形成ができなかった。これらの結果から、0.12 μ m以上0.2 μ m以下の距離だけ隔てられた軟磁性体からなる2枚のシールド層の間に形成されたヘッドを用いて磁気記憶装置を構成した。このようにして構成した磁気記憶装置によって、1平方インチ当たり50ギガビット以上の記録密度を実現することができた。

【0066】

<実施形態3>

前記実施形態2で用いた磁気抵抗効果型磁気ヘッドの代わりに、実施形態2に記載の磁気抵抗効果型磁気ヘッド63が、互いの磁化方向が外部磁界によって相対的に変化するることによって大きな抵抗変化を生じる複数の導電性磁性層と、この導電性磁性層の間に配置された導電性非磁性層を含む磁気抵抗センサによって構成される磁気ヘッドを用いた以外は、図4と同一の構成で磁気記憶装置を構成した。

【0067】

図7に用いたセンサの断面図を示す。このセンサはギャップ層608上に、5nmのTaバフファ層801、7nmの第1の磁性層802、1.5nmの銅からなる中間層803、3nmの第2の磁性層804、10nmのFe-50at.%Mn反強磁性合金層805が順次形成された構造である。前記第1の磁性層802にはNi-20at.%Fe合金を使用し、第2の磁性層804にはコバルトを使用した。

【0068】

反強磁性層805からの交換磁界により、第2の磁性層804の磁化は一方向に固定されている。これに対し、第2の磁性層804と非磁性層803を介して接する第1の磁性層802の磁化の方向は、磁気記録媒体61からの漏洩磁界により変化するため、抵抗変化が生じる。

【0069】

このような2つの磁性層の磁化の相対的方向の変化に伴う抵抗変化はスピントラップ効果と呼ばれる。本実施形態では再生用ヘッドにこの効果を利用したスピントラップ型磁気ヘッドを使用した。テーパー部705は実施形態2の磁気センサと同一構成である。

【0070】

測定に用いた磁気記録媒体の $Br \times t$ は3, 3.2, 4, 6, 8, 10, 12, 14mAとした。 $Br \times t$ を3mA(37.5ガウスミクロン)とした場合には、再生信号の時間経過に伴う低下が甚だしく、また、実用上好ましい保磁力を得ることが難しかった。 $Br \times t$ は12mA(150ガウスミクロン)を超えると、2Fの出力は大きいものの出力分解能が低下する傾向が顕著になるため好

ましくないことが明らかになった。

【 0 0 7 1 】

また、このようなスピバルブ型の再生ヘッドを用いると、実施形態 2 で述べたように 3 6 0 k F C I を超える最高線記録密度で記録した信号を安定して再生し信号出力を得られた。

【 0 0 7 2 】

ここで示したヘッドは、実施形態 2 で用いたヘッドと同一のものであり、磁気抵抗効果型磁気ヘッドが、浮上面レールの面積が 1 . 4 m m ² 以下であり、質量が 2 m g 以下の磁気ヘッドスライダー上に形成されていた。浮上面レールの面積が 1 . 4 m m ² 以下であるのは、前述した突起と衝突する確率を低減し、同時に質量が 2 m g 以下とすることにより、耐衝撃信頼性を向上できるた。これにより、高い記録密度と高い衝撃性を両立させることができ、1 平方インチ当たり 5 0 ギガビット以上の記録密度で 3 0 万時間以上の平均故障時間間隔 (M T B F) が実現ができた。

【 0 0 7 3 】

【発明の効果】

本発明によれば、保護膜と潤滑膜の結合性を上昇させることができる。さらには本磁気記録媒体と磁気ヘッドを組み合わせることにより大容量高信頼性の磁気ディスク装置を提供することが出来る。

【図面の簡単な説明】

【図 1】

本発明の実施形態に係る磁気記録媒体の断面模式図である。

【図 2】

保護膜形成室 2 1 の概略図である。

【図 3】

本発明の実施形態と比較例により供される磁気記録媒体の性能比較図である。

【図 4】

磁気記憶装置の全体構成を示す図である。

【図 5】

磁気ヘッドの模式的斜視図である。

【図 6】

磁気抵抗センサの断面構造を示す図である。

【図 7】

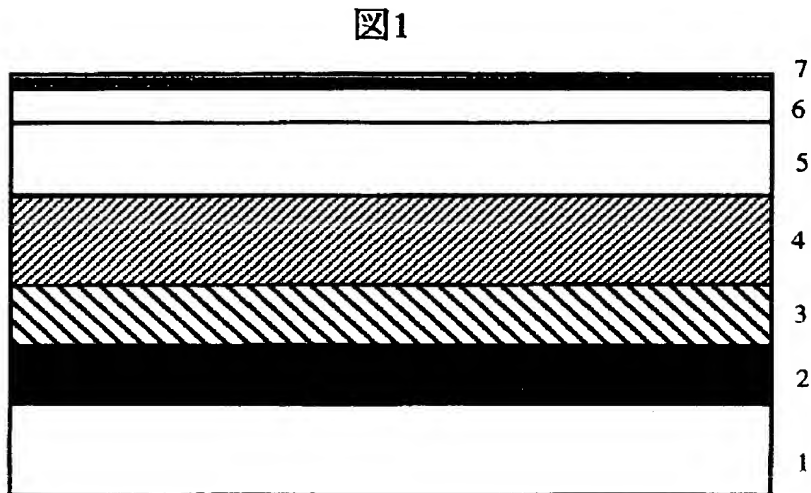
スピバルブ型磁気ヘッドを用いたセンサの断面図である。

【符号の説明】

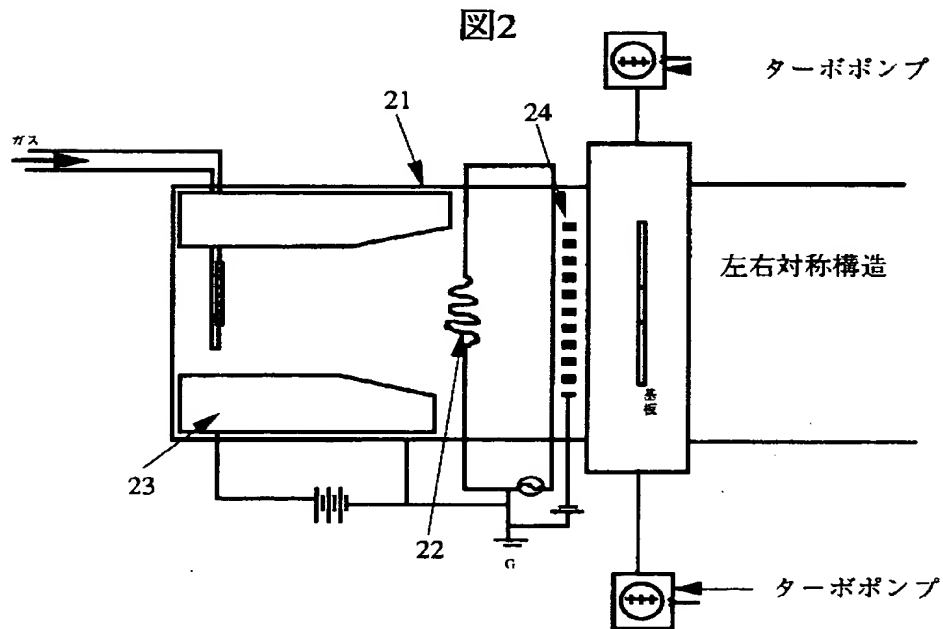
1…非磁性基板、2…Ni合金シード層、3…Co合金シード層、4…Cr合金下地層、5…Co合金磁性層、6…保護膜層、7…潤滑層、21…保護膜形成室、22…保護膜形成室、23…スパッタ粒子遮蔽物、24…スパッタ粒子遮蔽物、61…磁気ディスク媒体、62…磁気記録媒体を駆動する駆動部、63…記録部と再生部からなる磁気ヘッド、64…磁気ヘッドを上記磁気記録媒体に対して相對運動させる手段、65…磁気ヘッドへの信号入力手段と出力信号再生を行なうための記録再生信号処理手段、66…磁気ヘッドのロードアンロード時退避場所、601…基体、602…コイル、603…上部記録磁極、604…下部記録磁極兼上部シールド層、605…磁気抵抗センサ、606…磁気抵抗センサの両端の電極パターン、607…下部シールド層、608…ギャップ層、700…酸化アルミニウムのギャップ層、701…磁気センサの信号検出領域、702…横バイアス層、703…センス電流の分流を防ぐ分離層、704…磁気抵抗強磁性層、705…テーパ形状に加工されたテーパ部、706…永久磁石層、801…Taバツファ層、802…第1の磁性層、803…銅からなる非磁性中間層、804…第2の磁性層、805…反強磁性合金層。

【書類名】 図面

【図 1】



【図 2】

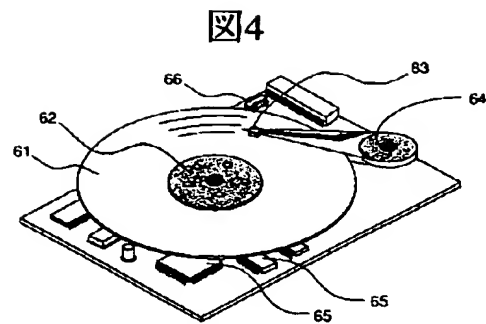


【図 3】

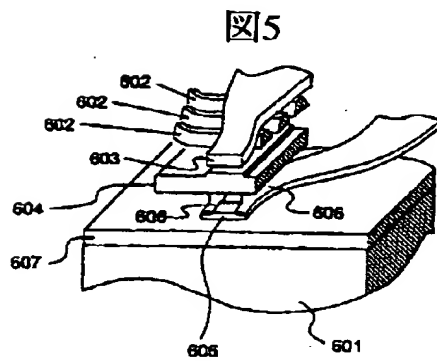
図3

| 実施形態1により供される磁気記録媒体 | 保護層厚(nm) | 初期潤滑膜厚(nm) | 表面官能基比率 | 0-1770-1試験結果 | 試験後潤滑膜厚(nm) |
|--------------------|----------|------------|---------|--------------|-------------|
| | | | | | |
| | 1 | 3.0 | 2.2 | 32 | 2.1 |
| | 2 | 3.0 | 2.2 | 28 | 2.1 |
| | 3 | 3.0 | 2.2 | 26 | 2.1 |
| | 4 | 3.0 | 2.2 | 23 | 2.1 |
| | 5 | 3.0 | 2.2 | 38 | 2.1 |
| | 6 | 3.0 | 2.2 | 35 | 2.1 |
| | 7 | 3.0 | 2.2 | 30 | 2.1 |
| | 8 | 3.0 | 2.2 | 31 | 2.1 |
| | 9 | 3.0 | 2.2 | 29 | 2.1 |
| | 10 | 3.0 | 2.2 | 28 | 2.1 |
| 比較例により供される磁気記録媒体 | 11 | 3.0 | 2.2 | 15 | 0.8 |
| | 12 | 3.0 | 2.2 | 14 | 0.8 |
| | 13 | 3.0 | 2.2 | 18 | 1 |
| | 14 | 3.0 | 2.2 | 18 | 1.1 |
| | 15 | 3.0 | 2.2 | 20 | 1.2 |
| | 16 | 3.0 | 2.2 | 17 | 1 |
| | 17 | 3.0 | 2.2 | 15 | 1 |
| | 18 | 3.0 | 2.2 | 16 | 0.8 |
| | 19 | 3.0 | 2.2 | 19 | 0.8 |
| | 20 | 3.0 | 2.2 | 19 | 0.8 |

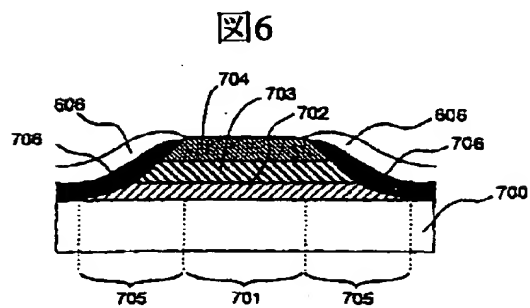
【図 4】



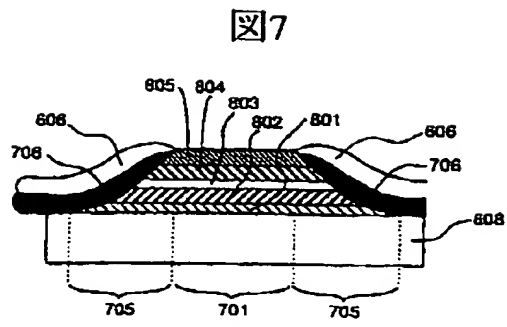
【図 5】



【図 6】



【図 7】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】

磁気記録媒体の保護膜層と潤滑層の結合力を増し、高速回転下においても潤滑層の減少を生じず、ひいては高密度記録かつ高信頼性を有する磁気記録媒体、その製造方法及びそれを用いた磁気記録装置を提供する。

【解決手段】

非磁性基板上に少なくとも磁性膜と該磁性膜を保護する炭素を主成分とする保護膜及び少なくとも一つの官能基を有するパーフルオロポリエーテルの潤滑膜とを設けた磁気記録媒体の製造方法において、前記保護膜を N_2 , Ne, Ar, Kr, Xe の内少なくとも一つと炭化水素ガス、または炭化水素ガスを用いたイオンビーム法もしくはケミカルベーパーデポジション法で成膜する際に CO_2 , NO_2 , N_2O の内少なくとも一つのガスを添加する。

【選択図】 図 1

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000005108]

| | |
|----------|--------------------|
| 1. 変更年月日 | 1990年 8月31日 |
| [変更理由] | 新規登録 |
| 住 所 | 東京都千代田区神田駿河台4丁目6番地 |
| 氏 名 | 株式会社日立製作所 |